



Docket No. 1776-4070

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant(s): ENDO et al.

Group Art Unit: 1711

Serial No.: 10/033,673

Examiner: Not Assigned

Filed: December 28, 2001

For: METHOD FOR PRODUCING COPOLYMER OF ALKYL VINYL ETHER AND
MALEIC ANHYDRIDE, AND COPOLYMER OF ALKYL VINYL ETHER AND
MALEIC ANHYDRIDE

CLAIM TO CONVENTION PRIORITY

Commissioner for Patents
Washington, DC 20231

Sir:

In the matter of the above-identified application and under the provisions of 35 U.S.C. §119 and 37 C.F.R. §1.55, applicant(s) claim(s) the benefit of the following prior application(s):

Application filed in: JAPAN
In the name of: Toshio ENDO, Tatsumi FUJII, Yasuo TSUJI,
Serial No.: 2001-228671
Filing Date: July 27, 2001

Application filed in: JAPAN
In the name of: Morihito SAITO
Serial No(s): 2000-403162
Filing Date(s): December 28, 2000

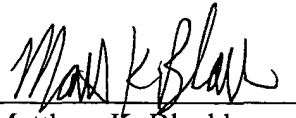
- ☒ Pursuant to the Claim to Priority, applicant(s) submit(s) a duly certified copy of said foreign application.
- ☐ A duly certified copy of said foreign application is in the file of application Serial No. _____, filed _____.

RECEIVED
APR 03 2002
TC 1700

Respectfully submitted,
MORGAN & FINNEGAN, L.L.P.

Dated: March 28, 2002

By:



Matthew K. Blackburn

Registration No. 47,428

Correspondence Address:

MORGAN & FINNEGAN, L.L.P.

345 Park Avenue

New York, NY 10154-0053

(212) 758-4800 Telephone

(212) 751-6849 Facsimile



日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

SAH
#4
7-1S-02

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年12月28日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-403162

[ST.10/C]:

[JP2000-403162]

出 願 人

Applicant(s):

ダイセル化学工業株式会社

RECEIVED
APR 03 2002
TC 1700

2002年 1月11日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造

出証番号 出証特2001-3113867

【書類名】 特許願

【整理番号】 004090

【提出日】 平成12年12月28日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08F 2/00
C08F216/18
C08F222/06

【発明者】

【住所又は居所】 山口県岩国市南岩国町2丁目110-5

【氏名】 斎藤 守人

【特許出願人】

【識別番号】 000002901

【氏名又は名称】 ダイセル化学工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100090491

【弁理士】

【氏名又は名称】 三浦 良和

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 026033

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9402017

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 メチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 重合工程において、無水マレイン酸およびメチルビニルエーテルを溶媒の存在下に、重合開始剤を用いて共重合反応を行い、メチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体を得た後、重合工程以降の工程における加熱が酸素の実質的に非存在下に行われることを特徴とするメチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体の製造方法。

【請求項 2】 重合工程以降の工程における加熱が、雰囲気中の酸素濃度（常圧換算）0.1%以下で行われることを特徴とする請求項 1 に記載のメチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体の製造方法。

【請求項 3】 重合工程以降の工程における加熱が、不活性ガスの雰囲気下に行われることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載のメチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体の製造方法。

【請求項 4】 重合工程以降の工程における加熱温度が 60℃以上であることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載のメチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体の製造方法。

【請求項 5】 重合工程以降の工程が、脱溶媒工程、乾燥工程、及び必要に応じて設けられる造粒化工程、配合工程、輸送工程、及び／又は貯蔵工程であることを特徴とする請求項 1～4 のいずれかに記載のメチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、メチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体の製造方法に関する。さらに詳しくは、乾燥工程等の重合工程以降の工程における加熱を酸素の非存在下に行う、比粘度の低下のないメチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

メチルビニルエーテル－無水マレイン酸共重合体（以下、VME－MAA共重合体と略すことがある。）は直鎖状の水溶性の高分子電解質化合物であり、最近では人体に対する無毒性、長期間にわたる安定性、粘着性、凝集性、保水性、剥離性などが優れているため、貼付剤（パップ剤）や接着剤、洗剤の固着防止剤、スプレー式毛髪固定剤、合成洗剤のビルダーなどとして幅広い産業分野で応用されている。

しかし、上記各種用途に使用されてきたVME－MAA共重合体は、その用途により好適な分子量範囲が選択されるものの、全体として低分子量であり、それら用途別性能の向上のために高分子量化が望まれてきた。

VME－MAA共重合体の製造方法については、種々の手段が開示されており、前記公報以外にも、例えば特開平3－221511号、特開平3－215509号、特表平5－509341号、特開2000－191705号の各公報を挙げることができる。

しかしながら、これらの手段は、いずれも反応工程の条件設定の提案であり、反応に用いた溶媒の除去方法、乾燥方法等については知られていない。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

本発明者は、反応工程で高比粘度のVME－MAA共重合体を合成したとしても、乾燥工程等において比粘度が低下することを発見した。

ここにいう比粘度の値は同一構造単位を有する高分子については分子量が増すほど高くなるので、一般的に高分子の分子量を相対的にあらわす基準として広く利用されており、本発明において使用されている比粘度は分子量と同義である。

比粘度の測定方法は以下の通りである。

測定対象の共重合体を溶媒メチルエチルケトンに溶解して1%（重量／容量%、25℃）濃度の溶液を調製し、JIS K6726で規定された毛细管粘度計を用いて、25℃における落下時間を測定し、計算式：比粘度＝（A－B）／Bにより算出する。上記の計算式において、A＝共重合体溶液の落下時間測定値、B＝溶媒のみの落下時間測定値である。

従って、本発明は、無水マレイン酸とメチルビニルエーテルを溶媒の存在下で重合開始剤を使用して重合させ、高比粘度のVME-MAA共重合体を生成した後、該共重合体の比粘度を低下させない製造方法を提供することを課題とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、上記課題を解決するため鋭意研究をした結果、乾燥工程で、減圧加温下で溶媒を除去する時に、VME-MAA共重合体が酸素の存在下で加熱されることにより、比粘度が著しく変化し易いことを見出だし、酸素濃度、加熱温度、加熱時間の関係、酸素の除去方法、減成方法を検討した結果、本発明を完成した。

【0005】

すなわち本発明の第1は、重合工程において、無水マレイン酸およびメチルビニルエーテルを溶媒の存在下に、重合開始剤を用いて共重合反応を行い、メチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体を得た後、重合工程以降の工程における加熱が酸素の実質的に非存在下に行われることを特徴とするメチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体の製造方法を提供する。

本発明の第2は、重合工程以降の工程における加熱が、雰囲気中の酸素濃度（常圧換算）0.1%以下で行われることを特徴とする本発明の第1に記載のメチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体の製造方法を提供する。

本発明の第3は、重合工程以降の工程における加熱が、不活性ガスの雰囲気下に行われることを特徴とする本発明の第1又は2に記載のメチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体の製造方法を提供する。

本発明の第4は、重合工程以降の工程における加熱温度が60℃以上であることを特徴とする本発明の第1～3のいずれかに記載のメチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体の製造方法を提供する。

本発明の第5は、重合工程以降の工程が、脱溶媒工程、乾燥工程、及び必要に応じて設けられる造粒化工程、配合工程、輸送工程、及び／又は貯蔵工程であることを特徴とする本発明の第1～4のいずれかに記載のメチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体の製造方法を提供する。

【 0 0 0 6 】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明では、原料として無水マレイン酸、メチルビニルエーテル、重合開始剤及び溶媒を使用する。

反応原料である無水マレイン酸、メチルビニルエーテルの製造法、品質には特に制限はなく、高純度グレードや工業用グレードのものが使用できる。

【 0 0 0 7 】

溶媒は、モノマーである無水マレイン酸、メチルビニルエーテル及び重合開始剤を溶解するものであれば特に限定されるものでないが、得られる共重合体の分離を容易にするためには、該共重合体の良溶媒でないものが好ましく使用される。このような溶媒としては、ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族溶媒；1，1，2-トリクロロ-1，2，2-トリフルオロエタンと塩化メチレンの混合溶媒；酢酸エチル等のエステル系溶媒；脂肪族炭化水素等が使用できるが、両モノマー及び重合開始剤の良溶媒として、また生成共重合体には貧溶媒として好適に機能するベンゼン、トルエン等が通常用いられる。

しかし、本発明はVME-MAA共重合体を溶解する溶媒の存在下に行われ、反応後該溶媒を留去等により分離したり、貧溶媒を加えてVME-MAA共重合体を析出させた後溶媒を分離する等の方法により溶媒分離を行うこともできる。

【 0 0 0 8 】

重合開始剤は上記モノマーのラジカル重合に通常使用されるものであり、上記溶媒に溶解性のあるものであれば特に限定されるものではなく、ラウリルパーオキサイド等の過酸化物；アゾビスイソブチロニトリル等のアゾ化合物等が挙げられ、ラウリルパーオキサイド等が好ましく使用される。これらの重合開始剤には、必要に応じて還元剤を加えて重合速度を大きくすることもできる。

【 0 0 0 9 】

本発明では、反応は回分式、半回分式、連続式のいずれでも行うことができる。反応圧力は常圧でも、加圧でも、減圧でもよく、反応雰囲気は窒素等の不活性ガスであってもよい。原料、溶媒、反応雰囲気は脱酸素されたり、不活性ガスで

置換されていることが好ましい。

以下本発明の製造方法を、VME-MAA共重合体を溶解しない溶媒を使用し、回分式反応で行う場合を例にして説明する。

はじめに、重合反応に使用される無水マレイン酸全量を溶媒に溶解して得た無水マレイン酸溶液が重合缶に供給される。使用される溶媒の量は、重合反応に供される無水マレイン酸及びメチルビニルエーテルと該溶媒との合計に対して75～95重量%が好ましいが、特に85～95重量%が好ましい。

溶媒は、一部は前記重合開始剤溶解用の溶媒として使用され、大部分は上記無水マレイン酸溶液の調製に使用される。

【0010】

上記重合缶にはメチルビニルエーテル及び重合開始剤溶液の各供給口が設けられており、更に重合缶に通常装備される攪拌機及び還流冷却器が設けられていることが好ましい。

本発明においては、攪拌操作は下記説明にあるように無水マレイン酸溶液のみと重合開始剤の接触を避け、しかも重合反応を均一に進める必要がある点で特に重要であるが、攪拌機の態様は特に限定されるものではない。

又、本発明では、メチルビニルエーテルの供給速度が低いため、またメチルビニルエーテルを重合缶の底部から供給すれば大気に直接接触する量が少ないため、還流冷却器は必ずしも必要ではないが、メチルビニルエーテルの常圧沸点が5～6℃と低いこと、また高価であるので少量でもその気化逸散は好ましくないこと、及び除熱のために装備されていることが好ましい。

【0011】

上記重合缶中の無水マレイン酸溶液は常温から徐々に加熱され、好ましくは約80℃まで加熱昇温され、この温度維持下に、重合開始剤溶液の添加開始前に、メチルビニルエーテルの一部の添加が開始される。

無水マレイン酸-メチルビニルエーテル共重合体の製造に使用される両モノマーの全使用量比は1：1が最も好ましいが、必要に応じて変えても構わない。

重合開始剤溶液の添加の開始前に添加されるメチルビニルエーテルモノマーの量は、その全使用量の1/50～1/5が好ましく、1/30～1/5がより好

ましく、 $1/10 \sim 1/5$ が最も好ましい。メチルビニルエーテルモノマーの初期添加量が $1/50$ 未満の場合は、微量過ぎるためか重合開始剤添加により交互共重合体以外の無水マレイン酸リッチの重合体が生成しやすい。又、逆に $1/5$ を超えると、メチルビニルエーテルモノマーの気化量が多くなり、液相に存在するメチルビニルエーテルモノマー量は増加せず、供給の意義を失うことになってしまう。

【 0 0 1 2 】

無水マレイン酸溶液に全メチルビニルエーテルモノマーの一部が添加されて無水マレイン酸に均一に溶解された後、重合開始剤溶液の添加が開始され、並行して、メチルビニルエーテルモノマーの残部も添加される。重合開始剤溶液の添加とメチルビニルエーテルモノマーの残部の添加は必ずしも並行して、連続的に行う必要はないが、長時間、好ましくは5時間以上の時間をかけて添加することが好ましい。又、両者はその供給時に直接の接触がないように別々の供給口から添加されることが好ましい。

メチルビニルエーテルモノマーの残部及び所望量の重合開始剤の添加が終了すれば、無水マレイン酸とメチルビニルエーテルとの重合反応もほぼ終了するが、好ましくは、該反応系をそのままの状態で更に0.5～2時間保持することが好ましい。

【 0 0 1 3 】

上記の方法により、溶媒中に分散された無水マレイン酸－メチルビニルエーテル交互共重合体を得られる。

【 0 0 1 4 】

重合工程で得られたVME－MAA共重合体の反応マスは、続いて重合工程以降の工程として脱溶媒工程、乾燥工程により処理され、必要に応じて、造粒化工程、配合工程、輸送工程、貯蔵工程等に処せられる。

【 0 0 1 5 】

反応マスは、脱溶媒工程に供給されて、共重合体と溶媒とに分離される。反応マスが共重合体の分散液の場合は、溶媒分離には、比重分離、濾過、遠心分離、蒸留等の通常の分離手段が使用できる。例えば、分散液は遠心分離機にかけられ

、溶媒は除去されるが、溶媒の完全な除去は、続いて行われる乾燥工程で行われる。

【 0 0 1 6 】

乾燥工程で用いられる乾燥機の種類は、特に限定されるものではなく、連続式乾燥機、或いは回分式乾燥機のいずれであってもよい。乾燥機としては、例えば、箱型乾燥機、真空箱型乾燥機、トンネル乾燥機、ノズルジェット乾燥機、バンド乾燥機、ターボ縦型乾燥機、縦型乾燥機、回転乾燥機、通気回転乾燥機、水蒸気加熱管束回転乾燥機、溝型攪拌乾燥機、流動相乾燥機、ドラム乾燥機、多段円盤乾燥機、多円筒乾燥機等が挙げられる。

【 0 0 1 7 】

伝導受熱攪拌円錐型真空乾燥機を例にして、操作方法について説明する。尚、このタイプの乾燥機としては、(株)オーカワラ製作所のリボコーン乾燥機、ホソカワミクロン(株)製のナウター型乾燥機を挙げることが出来る。

伝導受熱攪拌円錐型真空乾燥機は、生産性の観点から一般に、加温および減圧される。加温は、使用する前記溶媒の沸点に応じて最適に調整される。例えば、前記溶媒(例えばベンゼン)を用いる場合、加温用の熱媒の温度は80℃～150℃に調整することが望ましい。また、減圧度は、生産性や省力化の観点から、真空として5 kPaA以下、好ましくは2.5 kPaA以下に調整される。乾燥時間は特に制限はないが、この乾燥機の場合、減圧加温乾燥時間は、5時間～15時間を要することが一般的である。

【 0 0 1 8 】

この時、乾燥機内に酸素が存在しない場合、VME-MAA共重合体の比粘度はまったく低下しないが、わずかな酸素(例えば0.5%)でも存在すると、著しい比粘度の低下が起こることを本発明者は発見した。その反応機構は明らかになっていないが、定性的には、酸素分子がVME-MAA共重合体の開裂を行い、低分子量化が起きているものと考えられる。

【 0 0 1 9 】

その為、乾燥機で乾燥を行う前に、乾燥機内を真空ポンプ等を用い、減圧操作を行い、系内の圧力を例えば1 kPaA(Aは絶対圧を示す。)以下、好ましくは、

0.2 kPaA以下にする。その後、不活性ガス（窒素ガス、アルゴンガス等）による置換を、例えば3回から4回繰り返す、系内から完全に酸素を取り除くことが必要である。系内の乾燥雰囲気中の酸素濃度（常圧換算）は、0.1%以下、好ましくは0.05%以下、さらに好ましくは0.01%以下である。

系内の酸素濃度は、携帯型電極式酸素濃度計を用いる方法、または系内のガスをテドラバッグ等にサンプリングし、ガスクロマトグラフィ分析を行う方法等により測定できる。

【0020】

乾燥機内の酸素濃度が上記範囲内である時は、反応で得られた溶液状態のVME-MAA共重合体の比粘度は、例えば140℃で乾燥したとしても、低下は起こらない。

一方、乾燥機内の酸素濃度が高くなる程、加熱温度が高くなるほど、加熱時間が長くなるほど、比粘度が対数的に低下する。

したがって、これらの酸素濃度、加熱温度、加熱時間を調整することにより、加熱による比粘度の低下を防止することができる。

【0021】

乾燥機で減圧乾燥を行う場合、フランジ等の継ぎ目から空気が漏れこまないような設備にする必要がある。その為、フランジ部のパッキングは高真空に耐える材質としたり、場合によってはフランジ部を設けず、溶接することにより洩れを防止する必要がある。継ぎ目の部分で空気の漏れ込み防止が困難な場合、継ぎ目を取り囲む周囲を気密性のボックスで囲い、ボックス内を窒素雰囲気とすることも出来る。

【0022】

空気の漏れ込みテストは、不活性ガス（窒素ガス、アルゴンガス等）により乾燥機内を例えば100～200 kPaG（Gはゲージ圧を示す。）の加圧とし、10分以上放置後、石鹼水をかけ、発泡状態を観察する。通常、石鹼水によるテストでは、 $10^{-3} \sim 10^{-4}$ リットル・mmHg/s の漏洩流量を検知できるとされている。（出展資料；高圧ガス保安技術／高圧ガス保安協会出版）

【0023】

乾燥工程に続いて、必要に応じて、フレーク等への造粒化工程、配合工程、輸送工程、貯蔵工程等到处せられる。これらの工程においても、加熱温度が60℃以上である場合には、酸素濃度は上記乾燥工程の条件に対応する条件で行われることがよい。

VME-MAA共重合体を粉体以外の製品形状とする場合、例えば単独で造粒化する場合、又は他のポリマーもしくは添加剤との混合物をフレーク等に造粒する場合にも、加熱温度が高いほど低酸素濃度であることが必要である。

【0024】

輸送工程、貯蔵工程等においても同様の傾向がある。例えば、パウダー状態で大気圧の空気と接触して保存すると、60℃では2日程度で比粘度の低下が観測され、100℃では12時間で比粘度が半分に低下する。液体状態で加熱される場合には、さらに酸素濃度への配慮が必要である。

したがって、重合工程以降の工程において、60℃以上に加熱される場合には、相及び加熱時間にもよるが、雰囲気中の酸素濃度は常圧換算で0.1%以下であり、80℃以上では0.05%以下、100℃以上では0.01%以下にすることが望ましい。

【0025】

逆に上記現象を利用してVME-MAA共重合体の減成を行い、所望の比粘度のVME-MAA共重合体を製造することができる。

例えば、比粘度5の該共重合体を大気中で150℃に加熱することにより数時間で比粘度1の共重合体に減成することができる。

一般に減成に適する条件は酸素濃度（常圧換算）0.5～30%、加熱温度60～200℃、及び加熱時間0.1～48時間である。酸素濃度（常圧換算）が0.5%より低すぎると減成に時間がかかりすぎ、酸素濃度（常圧換算）が30%よりあまりに高いと火災などの危険を生じる。加熱温度が60℃より余りに低すぎると減成反応時間がかかりすぎ、200℃より高すぎると着色などが生じやすい。

【0026】

上記のようにして得られた減成体の比粘度は特に制限はないが、例えば比粘度

3～6のVME-MAA共重合体を出発原料にして、比粘度0.5～5のものを得ることが可能である。

【0027】

【実施例】

以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、本発明では%は体積/体積%のことである。

(実施例1)

比粘度4.8のVME-MAA共重合体5gを30mlのガラスアンプルへ仕込んだ。そのアンプルに3方コックを取り付け、減圧ポンプを用いて真空状態とし、窒素ガスで置換し、アンプルを密封して試料アンプルを作製した。尚、ここで用いた窒素ガスは、ガスクロマトグラフィ分析を実施したところ、純度99.9%、酸素濃度は0%であった。この様にして作製した試料アンプル3本を、経時変化テストのために恒温槽内で110℃で、4、8又は12時間保持した後、アンプル内のVME-MAA共重合体の比粘度を測定した。結果は第1表に示した。

【0028】

(実施例2)

実施例1における恒温槽の温度を140℃とした他は、実施例1と同様にして経時変化テストを行い、各サンプルの比粘度を測定した。結果は第1表に示した。

【0029】

(参考例1)

実施例1における置換ガスを酸素0.5%、窒素99.5%となるようにガスクロマトグラフィ分析で測定しながら調整したガスとした他は、実施例1と同様に経時変化テストを行い、各サンプルの比粘度を測定した。結果を第1表に示した。

【0030】

(参考例2)

実施例1における置換ガスを酸素2%、窒素98%となるようにガスクロマト

グラフィ分析で測定しながら調整したガスとした他は、実施例 1 と同様にし経時変化テストを行い、各サンプルの比粘度を測定した。結果を第 1 表に示した。

【 0 0 3 1 】

(参考例 3)

実施例 1 における置換ガスを酸素 2 1 %、窒素 7 9 % となるようにガスクロマトグラフィ分析で測定しながら調整したガスとした他は、実施例 1 と同様にし経時変化テストを行い、各サンプルの比粘度を測定した。結果を第 1 表に示した。

【 0 0 3 2 】

(参考例 4)

恒温相の温度を 1 2 0 °C とした他は、参考例 3 と同様にし経時変化テストを行い、各サンプルの比粘度を測定した。結果を第 1 表に示した。

【 0 0 3 3 】

(参考例 5)

恒温相の温度を 1 4 0 °C とした他は、参考例 3 と同様にし経時変化テストを行い、各サンプルの比粘度を測定した。結果を第 1 表に示した。

【 0 0 3 4 】

また、酸素の実質的に非存在下（検出下限界酸素濃度 0 . 0 0 1 %）における 1 1 0 °C、1 4 0 °C での加熱時間－比粘度の関係を図 1 に示す。横軸は時間（h r）、縦軸は比粘度 η を表す（以下各図共通）。

酸素濃度 2 1 % 以下における 1 1 0 °C、1 2 0 °C、1 4 0 °C での加熱時間－比粘度の関係を図 2 に示す。

加熱温度 1 1 0 °C における酸素濃度 0 . 5 %、2 . 0 %、2 1 % での加熱時間－比粘度の関係を図 3 に示す。

【 0 0 3 5 】

【表 1】

	テスト条件		比粘度測定結果			
	酸素濃度 (%)	経変温度 (℃)	0 時間	4 時間後	8 時間後	1 2 時間後
実施例 1	0	1 1 0	4. 8	4. 8	4. 9	4. 9
実施例 2	0	1 4 0	4. 8	5. 0	5. 0	5. 0
参考例 1	0. 5	1 1 0	4. 8	4. 3	4. 1	3. 9
参考例 2	2	1 1 0	4. 8	3. 8	3. 3	3. 1
参考例 3	2 1	1 1 0	4. 8	3. 5	2. 7	2. 3
参考例 4	2 1	1 2 0	4. 8	2. 5	1. 8	1. 5
参考例 5	2 1	1 4 0	4. 8	1. 5	1. 1	1. 1

【 0 0 3 6 】

【発明の効果】

本発明によれば、乾燥工程等における VME-MAA 共重合体の比粘度の低下を防ぐことができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

酸素の実質的に非存在下における 1 1 0℃、1 4 0℃での加熱時間－比粘度の関係を示す図である。

【図 2】

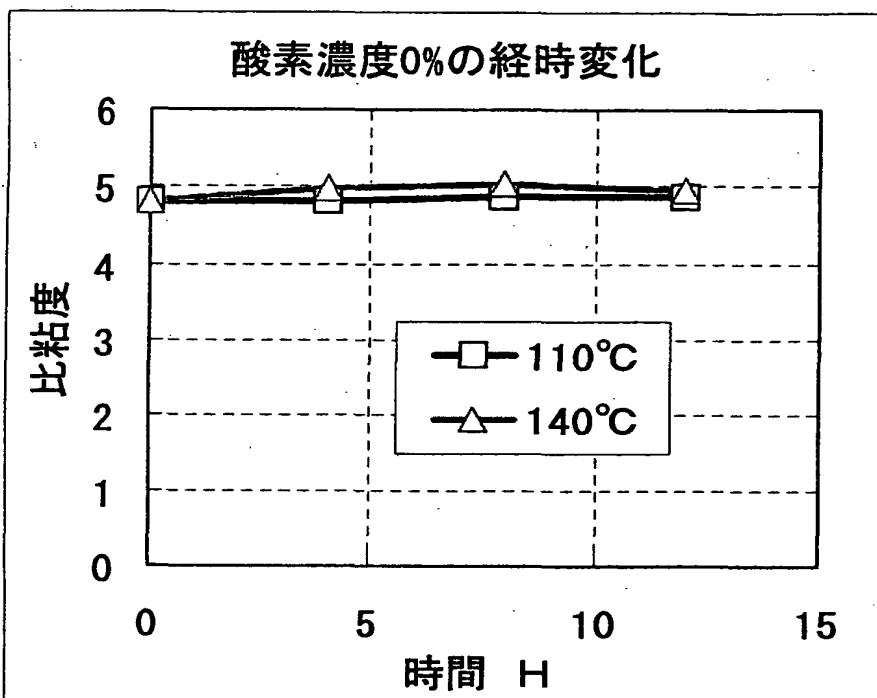
酸素濃度 2 1 % 以下における 1 1 0℃、1 2 0℃、1 4 0℃での加熱時間－比粘度の関係を示す図である。

【図 3】

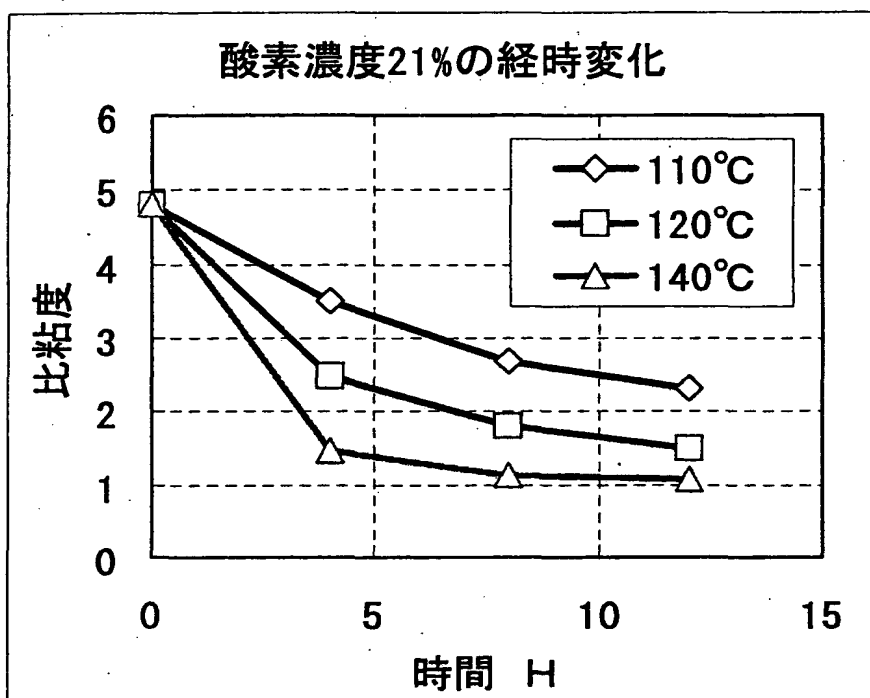
加熱温度 1 1 0℃における酸素濃度 0. 5 %、2. 0 %、2 1 %での加熱時間－比粘度の関係を図 3 に示す図である。

【書類名】 図面

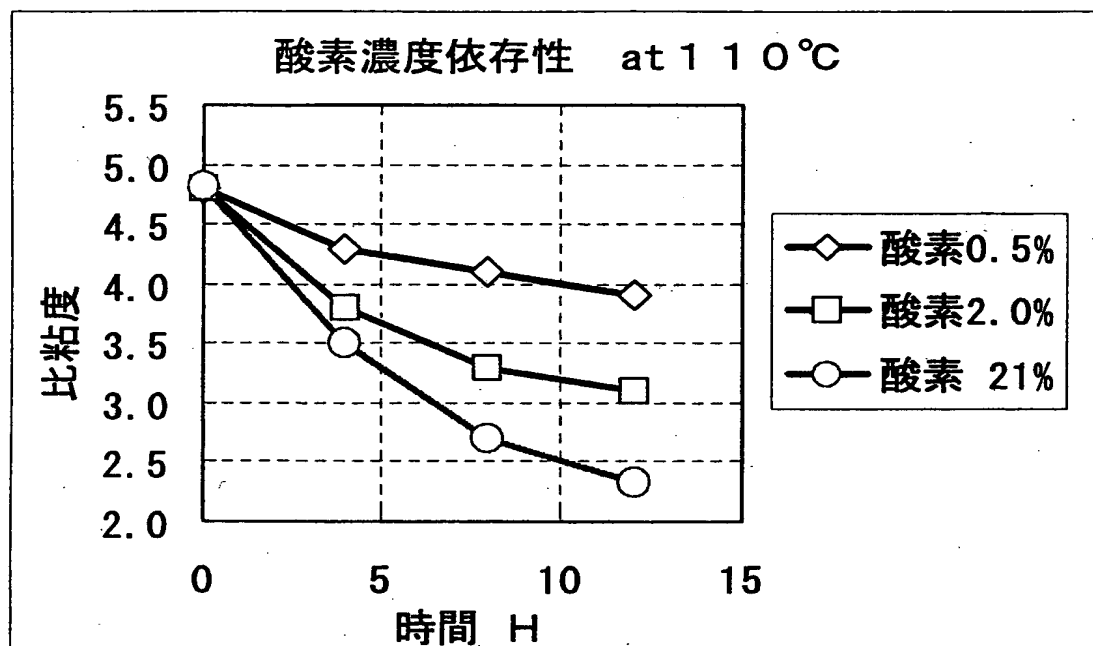
【図1】



【図2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 反応により得られた高比粘度のメチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体溶液から、溶媒を除去する時に、比粘度の経時変化を起こさせないこと。

【解決手段】 メチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体の乾燥を、140℃では乾燥雰囲気中の酸素濃度を0.01%以下にする。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 2 9 0 1]

1. 変更年月日	1 9 9 0 年 8 月 2 8 日
[変更理由]	新規登録
住 所	大阪府堺市鉄砲町 1 番地
氏 名	ダイセル化学工業株式会社